

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 01-321069

(43)Date of publication of application : 27.12.1989

(51)Int.Cl.

B22D 19/14
C22C 1/09

(21)Application number : 63-155690

(71)Applicant : HONDA MOTOR CO LTD
MITSUBISHI KASEI CORP

(22)Date of filing : 23.06.1988

(72)Inventor : KOYA YOSHIHIRO
KATAYAMA TOSHIAKI
HATA SUENOBU

(54) PRODUCTION OF CARBON FIBER REINFORCED METAL COMPOSITE

(57)Abstract:

PURPOSE: To prevent damage of fiber and to obtain a carbon fiber reinforced metal composite material having sufficient strength by arranging a partition wall having different material as composite matrix material so that fiber aggregated part becomes discontinuation with the matrix after casting, on the surface of the fiber aggregated part.

CONSTITUTION: The fiber is not particularly limited, but pitch series carbon fiber of coal series or oil series is used. Further, shape of the partition wall arranged on the surface of the fiber formed body may be cylindrical shape, etc., to be possible to restrain change toward vertical direction to the max. stress direction loaded on the composite part at the time of cooling. If the deformation in this direction can be restrained, it becomes difficult-to-buckling and the damage of the fiber does not occur. Generally, the material of this partition wall is used with iron, ceramic, etc.

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平1-321069

⑬ Int. Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成1年(1989)12月27日

B 22 D 19/14
C 22 C 1/09B-7011-4E
A-7518-4K

審査請求 未請求 請求項の数 3 (全5頁)

⑯ 発明の名称 炭素繊維強化金属複合材料の製造法

⑰ 特 願 昭63-155690

⑱ 出 願 昭63(1988)6月23日

⑲ 発 明 者 小 園 美 廣 神奈川県横浜市長区鶴巻田町1000番地 三菱化成株式会社
総合研究所内

⑲ 発 明 者 片 山 利 昭 神奈川県横浜市長区鶴巻田町1000番地 三菱化成株式会社
総合研究所内

⑲ 発 明 者 畑 季 延 埼玉県和光市中央1丁目4番1号 株式会社本田技術研究
所内

⑳ 出 願 人 本田技研工業株式会社 東京都港区南青山2丁目1番1号

㉑ 出 願 人 三菱化成株式会社 東京都千代田区丸の内2丁目5番2号

㉒ 代 理 人 弁理士 長谷川 一 外1名

明 細 書

1 発明の名称

炭素繊維強化金属複合材料の製造法

2 特許請求の範囲

(1) 連続した炭素繊維を用いた金属複合材料を製造するに当たり、繊維集合部の表面の一部に複合化母相材質とは異なる材質によって、製造後実質的に繊維集合部と母相のみからなる領域が不連続となるような隔壁を設け、凝固冷却時に生じる応力による繊維の損傷を防止したことを特徴とする炭素繊維強化金属複合材料の製造法。

(2) 炭素繊維がビッチ系炭素繊維であることを特徴とする請求項1記載の炭素繊維強化金属複合材料の製造法。

(3) 炭素繊維の物性値と繊維体積率が次式を満足することを特徴とする請求項1記載の炭素繊維強化金属複合材料の製造法。

$$E_f \times V_f > 1.1$$

ここで

 E_f : JIS-R-760に基づく繊維弾性率(T/m)

 V_f : 複合化部の繊維体積率(繊維体積/複合化部の全体積)を表わす。

3 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は製造法により炭素繊維強化金属複合材料を製造するに際し、その製造過程で繊維を損傷させることなく、十分に繊維強度を発現させた複合材料を提供する製造法に関するものである。

〔従来の技術〕

アルミニウムまたはマグネシウム等軽金属をマトリックスとし炭素繊維を強化材とする複合材料(以下C.F.R.Mという)は比強度、比剛性、低熱膨張係数を有する材料として期待されている。このC.F.R.Mの製造方向としては拡散浸合法、帯浸法に大別される。

後者のうち、特に高圧加圧浸合法(以下帯浸法)は繊維予備成形体を作る必要があるが、生産性の高い方法として注目されている。

特開平1-321069(2)

【発明が解決しようとする問題点】

発明者らはこの溶銀法を用い、連続ビッチ系炭素繊維の一方強化C.F.R.Mを作製検討している中で、予備成形体の形状、製造条件、繊維種、及び繊維体積率等により、C.F.R.Mの引張強度が著しく低く、又C.F.R.M内部に亀裂状態ですでにキ裂を含む場合のあることを知った。発明者らはこれらの発生防止を目的として強度劣化及びキ裂発生のメカニズムについて鋭意検討した。C.F.R.Mの製造方法である溶銀法においては、まず繊維予備成形体を作る必要があり、又製造に必要な母相（以下マトリックス）材質の溶銀量は複合化に必要な量の数倍以上使用される。さらに予備成形体への溶銀の浸透をよくするため、予備成形体はその強度を高く保つ必要があり製造時には相対的に低い温度にある金型へ接して配置させることは避けている。その為製造により複合化された予備成形体部分（以下複合化部）は実質的にマトリックス材質によって満ちるされる形となる。一方拡散接合

法によるC.F.R.Mの製造ではマトリックスの量は目的とする繊維体積率に対し、一般的に必要最少限とされるため、製造法のように複合化部全体がマトリックスによりつつまれることはない。ただしこれらの製造方法をとるにせよ高圧製造であるため、冷却段階でマトリックスと繊維の熱膨張の差に起因する熱応力が発生することはよく知られている。ただ拡散接合法では必要な製品の厚さ全体が複合化部であるため、繊維への応力はたかだかマトリックスの降伏応力である。しかしながら前記法では前述のようにマトリックス材質のみの領域が大きいいため、この領域の熱収縮量と複合化部の熱収縮量の差が直接複合化部への応力源となると考えられる。マトリックスを A と（熱膨張係数 $\alpha \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ ）とし強化材を一方に引き揃えた炭素繊維（熱膨張係数 $-1 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ ）予備成形体として溶銀法によってC.F.R.Mを製造した場合、種々の条件によって大きさは異なるが、複合化部の繊維軸方向には圧縮応力または歪が発生する。

一方著しく低い引張強度や内部にキ裂を有するC.F.R.Mについて組織等の観察を詳細に行なった所圧縮による繊維の屈曲が部分又は全体に発生しており、この繊維損傷が引張強度の著しい低下を引き起していると認められた。この観察結果は又同時に前述した熱圧縮応力と因果関係、すなわち圧縮応力又は歪により複合化部の繊維が屈曲損傷し、引張強度の低下及び又はキ裂の発生を引き起していると推測された。複合化部の部分的繊維損傷又は全体的キ裂発生が起るか否かは発生した圧縮応力又は歪が複合化部の繊維の圧縮破断強度または歪を超えるか否かで決定される。

用いる炭素繊維に於て、ビッチ系炭素繊維はPAN系炭素繊維に対し、黒鉛化度を高くすることが比較的容易なため、C.F.R.M用としては A 等マトリックスとの反応性が小さく、又弾性率を高く出来る等秀れた面を有するが、同一強度レベルに於ける圧縮強度または圧縮破断歪はPAN系に比べ低く、又引張弾性率が高くな

る程その値は小さくなる。それ故前述した原因冷却によって生じる圧縮応力または歪による複合化部繊維の損傷防止に対し、ビッチ系繊維によるC.F.R.Mの製造はより充分な配慮が必要と考えられる。又繊維体積率及びまたは繊維の弾性率が高くなると複合化部の弾性率（ E_c ）も高くなる。マトリックスと複合化部の熱収縮の相対歪（ ϵ ）はほぼ同一と考えられるので発生する応力（ σ ）は $\sigma = E_c \times \epsilon$ の關係より大きくなり、繊維はより損傷を受けやすくなることが理解出来る。

すなわち本発明者らはビッチ系、PAN系といった繊維種、繊維の弾性率、繊維体積率は製造法に於ける凝固冷却時の圧縮応力または歪による繊維損傷に対する重要なパラメーターであることを把握した。さらにとくにビッチ系炭素繊維について A を母相とした条件で、繊維体積率（ V_f ）と繊維弾性率（ E_f ）によるC.F.R.M内の繊維損傷の有無について関係を調べた所、図2のような関係を見出した。

特開平1-321069(3)

すなわち、 $E_f \times V_f > 2.2$ の値を有する繊維予備成形体は製造法によって複合化された時、内部の繊維の損傷確率は著しく高いことがわかった。C.F.R.Mに於て弾性率及び／または体積率を高くすることは特長を求める上では必須であり、製造時に繊維損傷が生じるとは実用上大きな障害となると考えられた。

本発明者らは前述のような結果、状況を把握した後、特に $E_f \times V_f > 2.2$ の領域にある C.F.R.Mに於ても内部に繊維損傷のない製造法について鋭意検討し、下記手段等により解決出来ることを見出し本発明に到達した。

【問題点を解決するための手段】

すなわち、本発明の要旨は、連続した炭素繊維を用いた金属複合材料を鋳造法により製造するに當り、繊維集合部の表面の一部に複合化母相材質とは異なる材質によって、鋳造後実質的に繊維集合部と母相のみからなる領域が不透視となるような隔壁を設け、鋳造冷却時に生じる応力による繊維の損傷を防止したことを特徴

とする炭素繊維強化金属複合材料の製造法にある。

以下、本発明を詳細に説明する。

まず、本発明において用いられる炭素繊維は、特に限定されるものではなく、公知のポリアクリロニトリル(PAN)系、ビッチ系あるいは気相法炭素繊維等のいずれの種類でもよいが、特に石炭系又は石油系のビッチ系炭素繊維が好適である。

本発明方法においては、このような連続した炭素繊維を用いた金属複合材料を鋳造法によって製造するに際し、繊維予備成形体表面の一部に鉄等、マトリックスと異なる材質により、鋳造後実質的にマトリックスと複合化部が不透視になるような隔壁を設けることが必要である。繊維予備成形体の表面に設ける隔壁の形状としては、冷却時複合化部に負荷される応力が最大方向(一方向材であれば繊維軸方向)に対し垂直な方向の形状をなさえることが可能な形状であればよく、筒状等が好ましい。筒状に於て

常法によることができる。

【実施例】

以下、実施例により本発明をさらに詳細に説明する。

実施例-1

弾性率 80 T/mm^2 、引張強度 300 kg/mm^2 (測定はJIS-R-7601に準拠)の石炭ビッチ系炭素繊維を用い一方向に引き揃えた後、C.F.R.Mに於る繊維体積率が55%になることを目的として一端を閉じたステンレスパイプに挿入し予備成形体を作製した。

次に 600°C (Ar 雰囲気中)で予備加熱して 250°C の金型にセットした後溶湯温度 800°C 、溶湯圧力 860 kg/cm^2 の加圧鋳造にて C.F.R.Mを作製した。尚、使用した溶湯は米国アルミニウム協会のAA規格によるA356組成のアルミニウム合金である。出来たC.F.R.Mを冷却後、切出し図-1(1:CFRM、2:タブ)に示す引張試験片にて強度測定を行った。(N=6)値は最高 150 kg/mm^2 、平均 140

一端部が閉じられていてもかまわない。
前述した様に冷却時に生じる圧縮応力により繊維損傷は起るが、これは最大圧縮応力方向(一方向材であれば繊維軸方向)に対する垂直方向(一方向材であれば横方向)への変形自由面があるため、剪断不安定となり屈曲すると考えられる。これ故、この方向の変形をなさえることが出来れば屈曲しにくくなり繊維損傷は起らない。この効果を有するのが隔壁であり、筒状は最も有効である。その隔壁材質は横方向変形を抑えられれば限定しないが一般には鉄、セラミックス等が十分な強度を有しているのが好ましい。

本発明においては、用いる炭素繊維の繊維弾性率 E_f (JIS-R-7601)と複合化部の繊維体積率(繊維体積/複合化部の全体積)とが、 A_2 をマトリックスとする場合には、 $E_f \times V_f > 2.2$ の関係を満たすような場合に特に有効である。

本発明方法において用いられる鋳造法自体は、

特開平1-321069 (4)

kg/cmを示した。

実施例-3

弾性率50T/cm、引張強度370kg/cmの石炭ピッチ系炭素繊維を用い、一方向に引き揃えた後C.F.R.Mに於ける繊維体積率が60%になることを目的として一端を閉じたステンレスパイプに挿入し予備成形体を作製した。以下実施例1と同一の方法にて製造したC.F.R.Mより図1に示す引張試験片を切出し、強度測定を行った。値は100kg/cmを示し、内部には何らキ裂等観察されなかった。

実施例-4

弾性率50T/cm、引張強度250kg/cmの石炭ピッチ系炭素繊維を用い、一方向に引き揃えた後、C.F.R.Mに於ける繊維体積率が70%になることを目的として、両端開放のステンレスパイプに挿入し予備成形体を作製した。次にこれを実施例1と同一の方法にてC.F.R.Mを製造し、図1に示す引張試験片を切出し、作製し強度測定を行なった。値は105kg/cmを示し、

内部にキ裂等損傷を観察されなかった。

比較例-1

弾性率50T/cm、引張強度300kg/cm(測定はJIS-R-7601に準拠)の石炭ピッチ系炭素繊維を用い、一方向に引き揃えた後エポキシ樹脂を用いて乾燥、硬化、固化させ繊維体積率目標値55%の予備成形体を作製した。以下実施例1と同一の方法にてC.F.R.Mを製造した。出来たC.F.R.Mを冷却後切出した所、繊維長手方向のほぼ中央部にクラックが走っており試験の採取は不可であった。

比較例-2

弾性率50T/cm、引張強度290kg/cm(測定はJIS-R-7601に準拠)の石炭ピッチ系炭素繊維を用い、一方向に引き揃えた後エポキシ樹脂を用いて乾燥、硬化、固化させ繊維体積率目標60%の予備成形体を作製した。以下実施例1と同一の手法にてC.F.R.Mを製造し、図1に示す引張試験片を切出し、作製し、強度測定を行なった。値は36kg/cmと低く、又引張

試験前の試料を顕微鏡にて観察した所、数個所にクラックによる繊維損傷が認められた。

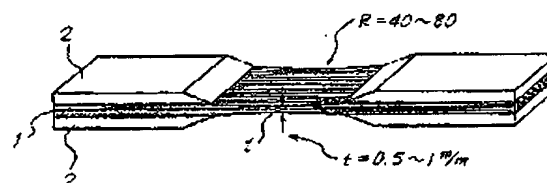
〔発明の効果〕

本発明方法によれば、製造過程で繊維を損傷させることなく充分に繊維強度を発現させた炭素繊維強化金属複合材料を得ることができる。

* 図面の簡単な説明

第1図は、本発明で用いた引張試験片を示し、第2図は、繊維弾性率(Ef)と繊維体積率(Vf)の関係を示す図である。

第1図



出願人 本田技研工業株式会社
三菱化成株式会社
代理人 弁護士 長谷川 一
様か/名

特開平1-321069(5)

第 2 圖

